

(C) WPI / DERWENT

AN - 2004-112202 [12]

AP - JP20010273348 20010910

CPY - TORA

DC - A11 A23 F01

FS - CPI

IC - C08L1/14 ; C08L67/04 ; D01F2/28 ; D01F6/92

MC - A03-A02A F01-D01

PA - (TORA) TORAY IND INC.

PN - JP2003082160 A 20030319 DW200412 C08L1/14 007pp

PR - JP20010273348 20010910

XA - C2004-045849

XIC - C08L-001/14 ; C08L-067/04 ; D01F-002/28 ; D01F-006/92

AB - JP2003082160 NOVELTY - A thermoplastic cellulose ester composition comprises polylactic acid (in wt.%) (10-50) having a weight average molecular weight of 1000-20000, as a plasticizer, and a cellulose ester (30-90) chosen from cellulose acetate, cellulose acetate-propionate, cellulose acetate-butyrate and/or cellulose acetate-phthalate. The cellulose ester composition has a heating loss rate (5) at 220 deg. C, and a melt viscosity of 50-300 Pa.seconds at 220 deg. C and in 1000 second-1.

- DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for a fiber, which consists of thermoplastic cellulose ester composition, and having a strength of 0.5-4 cN/dtex, elasticity of 2-50% and U% of 0.1-5%.

- USE - For fiber (claimed), e.g. industrial fiber. Fiber is used for textile fabric, garments, non-woven fabric, and knitted fabric, and for materials used in agriculture, forestry, fishery, public works and sanitation.

- ADVANTAGE - The thermoplastic cellulose ester composition and the fiber using the composition, have good biodegradability. The fiber obtained using the thermoplastic cellulose ester composition, has good melt-spinnability, stretch property, mechanical characteristics, and uniform size. The fiber does not break during weaving or knitting.

- (Dwg.0/0)

IW - THERMOPLASTIC CELLULOSE ESTER COMPOSITION COMPRISE PRESET AMOUNT ACID

CELLULOSE ESTER SPECIFIC HEAT LOSS RATE MELT VISCOSITY

IKW - THERMOPLASTIC CELLULOSE ESTER COMPOSITION COMPRISE PRESET AMOUNT ACID

CELLULOSE ESTER SPECIFIC HEAT LOSS RATE MELT VISCOSITY

NC - 001

OPD - 2001-09-10

ORD - 2003-03-19

PAW - (TORA) TORAY IND INC

TI - Thermoplastic cellulose ester composition for fiber, comprises preset amounts of polylactic acid and cellulose ester, and has specific heating loss rate and melt viscosity

A01 - [001] 2004 ; G3645-R G3634 D01 D03 D11 D10 D23 D22 D42 D63 D76 F24 F34 H0293 P0599 G3623 ; R17001 R01853 G3645 G3634 G3623 D01 D03 D11 D10 D23 D22 D31 D42 D50 D63 D76 D90 F24 F27 F26 F34 F41 F90 H0293 P0599 ; R00009 G2108 D01 D11 D10 D50 D60 D83 F27 F26 F36 F35 ; R01854 G3645 G3634 D01 D03 D11 D10 D23 D22 D31 D42 D50 D63 D76 F24 F34 F41 H0293 P0599 G3623 ; R16917 G3645 G3634 G3623 D01 D03 D10 D11 D18 D19 D22 D23 D42 D50 D63 D76 E19 F24 F34 F41 P0599 H0293 ; R01855 G3645 G3634 G3623 D01 D03 D10 D11 D22 D23 D31 D42 D50 D63 D76 F24 F34 F41 P0599 H0293 ; P1978-R P0839 D01 D50 D63 F41 ; H0000 ; S9999 S1070-R ; H0317 ; S9999 S1070-R ; S9999 S1194 S1161 S1070 ; S9999

S1183 S1161 S1070 ; S9999 S1161-R S1070 ; S9999 S1263 S1070 ; S9999
S1172 S1161 S1070
- [002] 2004 ; ND01 ; ND04 ; Q9999 Q9132 ; B9999 B3612 B3554 ;
B9999 B4091-R B3838 B3747 ; B9999 B4171 B4091 B3838 B3747 ; Q9999
Q6702-R ; Q9999 Q6768 Q6702 ; Q9999 Q6995-R ; Q9999 Q7023 Q6995 ;
Q9999 Q6826-R

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-82160

(P2003-82160A)

(43) 公開日 平成15年3月19日 (2003.3.19)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト [*] (参考)
C 0 8 L 1/14		C 0 8 L 1/14	4 J 0 0 2
67/04		67/04	4 L 0 3 5
D 0 1 F 2/28	Z B P	D 0 1 F 2/28	Z B P Z
6/92	3 0 7	6/92	3 0 7 Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2001-273348 (P2001-273348)

(22) 出願日 平成13年9月10日 (2001.9.10)

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 尾▲さき▼ 美沙

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島
工場内

(72) 発明者 本田 圭介

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島
工場内

(72) 発明者 荒西 義高

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島
工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱可塑性セルロースエステル組成物およびそれからなる繊維

(57) 【要約】

【課題】 バイオマス系材料であるセルロースエステルおよびポリ乳酸を主成分とする環境負荷の少ない成分からなる熱可塑性セルロースエステル組成物と、それらからなる溶融紡糸性に優れ、強伸度特性のみならず繊維の均一性にも優れた熱可塑性セルロースエステル組成物繊維を提供すること。

【解決手段】 セルロースエステルと可塑剤として重量平均分子量1000～20000のポリ乳酸を少なくとも含んで成る熱可塑性セルロースエステル組成物およびそれからなる繊維。およびさらに併用可塑剤としてエポキシ基を含んでなる熱可塑性セルロースエステル組成物およびそれからなる繊維。

【特許請求の範囲】

【請求項1】セルロースアセテート、セルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートフタレートよりなる群より選ばれる少なくとも一種のセルロースエステル30～90重量%と、可塑剤として重量平均分子量1000～20000のポリ乳酸10～50重量%を含んでなり、220℃における加熱減量率が5重量%以下であり、220℃、1000 sec⁻¹における熔融粘度が50～300 Pa・secであることを特徴とする熱可塑性セルロースエステル組成物。

【請求項2】さらにエポキシ基を有する低分子化合物を併用可塑剤として1～10重量%含有することを特徴とする請求項1記載の熱可塑性セルロースエステル組成物。

【請求項3】請求項1および2に記載のセルロースエステル組成物からなり、強度が0.5～4 cN/dtex、伸度が2～50%、U%が0.1～5%であることを特徴とする繊維。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セルロースエステルとポリ乳酸を主成分とする熱可塑性セルロースエステル組成物およびそれらを熔融紡糸して得られる繊維に関するものである。

【0002】

【従来の技術】セルロースおよびセルロースエステル、セルロースエーテル等のセルロース誘導体は、地球上で最も大量に生産されるバイオマス材料として、また、環境中で生分解可能な材料として昨今の大きな注目を集めつつある。現在商業的に利用されているセルロースエステルの代表例としては、セルロースアセテート、セルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブチレート、セルロースフタレート等が挙げられ、繊維、プラスチック、フィルター、塗料など幅広い分野に利用されている。

【0003】セルロースの繊維としての利用に関しては、自然界中で産生する綿や麻などの短繊維をそのまま紡績して使用することが古くから行われてきた。短繊維ではなく、フィラメント材料を得るためには、レーヨン、リヨセル等の様にセルロースを二硫化炭素等の特殊な溶媒系で溶解させ湿式紡糸法での製糸を行うか、セルロースアセテートの様にセルロースを誘導体化して、塩化メチレンやアセトン等の有機溶媒に溶解させた後、この溶媒を蒸発させながら紡糸する乾式紡糸法での製糸を行うしか方法がなかった。

【0004】しかし、これらの湿式紡糸法あるいは乾式紡糸法では、紡糸速度が遅いため生産性が低いという問題があるだけでなく、使用する二硫化炭素、アセトン、塩化メチレン等の有機溶剤が環境に対して悪影響を及ぼ

す懸念が強いため、環境との調和を考える場合には、決して良好な製糸方法とは言えない。

【0005】一方、熔融紡糸法を用いる方法としては、例えば、特公昭53-11564号公報が挙げられる。これはセルロースアセテートにポリエチレングリコールのような水溶性可塑剤を配合して熔融紡糸を行い、中空糸用の繊維を製造するものであるが、平均分子量が200～1000のポリエチレングリコールを単独で使用しても紡糸の際の断糸率の点から、低い紡糸ドラフトでないと熔融紡糸は困難である。さらに、ポリエチレングリコールのような吸湿性の強い可塑剤を単独で使用することは用途の点から制限が大きい。また、可塑性が高く、押出、射出成形用に使われているフタル酸エステル系或いは生分解性が知られているトリアセチン、トリエチルサイトレート等の可塑剤は、押出、射出成形よりも熱成形温度の高い熔融紡糸に適用すると、揮発成分が多いため、かなり低い紡糸ドラフトでないと実用可能な熔融紡糸性が発現せず、熔融紡糸に適さない。また、これら低分子量可塑剤を使用する場合、得られた繊維は可塑剤のブリードアウトによって著しくヌメリ感の強いものになってしまうという欠点を有している。

【0006】また、セルロースアセテートを熔融紡糸法により繊維化する方法としては、特開平9-78339号公報、特開平10-317228号公報が挙げられる。これらはポリエステルポリオール類やカプロラクトンテトラオールを可塑剤として用いているが、用いる可塑剤の分子量が未だ低いものであり、ブリードアウト、紡糸時の発煙など耐熱性に問題があるものであった。本方法では高速エアーを用いて引き取る生産性の高い製糸方法が採用されているが、エアーによる引き取りであるため、繊維の繊維度均一性の指標であるU%が悪化してしまうものであった。また、環境影響という観点からすると、化石燃料由来であるポリエステルポリオールやカプロラクトン変性物を用いることは、生分解性とはいえ必ずしも良好な処方とは言えない。

【0007】ところで、バイオマス材料としてセルロースエステルと同様に注目されている材料にポリ乳酸がある。ポリ乳酸自身は熱可塑性を有するが、さらに可塑剤やセルロース等の天然物を添加した組成物として、例えば特開平11-241008号公報が挙げられる。しかし、ポリ乳酸の重合には人体への有害性が懸念されるスズ化合物が触媒として使用されており、それら化合物を用いることは良好な処方とは言えない。

【0008】また、ポリ乳酸を可塑剤として用いた例に特表2000-515566号公報が挙げられるが、これにセルロースに関する記載はなされていない。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は上記のような問題点を克服し、バイオマス系材料であるセルロースエステルおよびポリ乳酸を主成分とする環境負荷の

少ない成分からなる熱可塑性セルロースエステル組成物と、それらからなる溶融紡糸性に優れ、強伸度特性のみならず織度の均一性にも優れた熱可塑性セルロースエステル組成物繊維を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】上述した本発明の課題は、セルロースアセテート、セルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートフタレートよりなる群より選ばれる少なくとも一種のセルロースエステル30～90重量%と、重量平均分子量1000～20000のポリ乳酸10～50重量%を少なくとも含んでなり、220℃における加熱減量率が5重量%以下であり、220℃、1000 sec⁻¹における溶融粘度が50～300 Pa・secであることを特徴とする熱可塑性セルロースエステル組成物によって解決することができる。この場合、さらにエポキシ基を有する低分子化合物を併用可塑剤として1～10重量%含有する組成物であることが好適に採用できる。

【0011】また、本発明の別の課題は、上記熱可塑性セルロース組成物からなり、強度が0.5～4 cN/dtex、伸度が2～50%、U%が0.1～5%であることを特徴とする繊維によって解決することができる。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明におけるセルロースエステルとは、セルロースの水酸基がエステル化剤によって封鎖されているものを言う。具体的なエステル化剤としては、酸塩化物、酸無水物、カルボン酸化合物、カルボン酸化合物誘導体、環状エステルなどが挙げられる。具体的なセルロースエステルの種類としては、セルロースアセテート、セルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートフタレート等が挙げられ、汎用性の観点から中でもセルロースアセテートが好ましい。

【0013】セルロースエステルの置換度は、グルコース単位あたり0.5～2.9であることが好ましい。また、良好な生分解性を得るためには、セルロースエステルの置換度は比較的低置換度、例えば、0.5～2.2であることが好ましく、良好な流動性を得るためには、例えば2.2～2.9であることが好ましいので、目的によって適宜決定することができる。

【0014】本発明に使用される可塑剤としてのポリ乳酸は、L-乳酸および/またはD-乳酸を主たる繰り返し単位とするポリエステルである。本発明のポリ乳酸は、一価アルコールや多価アルコール等を開始剤としてラクチドを開環反応させる方法、自己触媒作用によって乳酸を脱水エステル化反応させる方法、その他公知の方法によって得ることができる。本発明のポリ乳酸は、重合触媒として用いられるスズ化合物を含まないものであることが望ましい。

【0015】本発明のポリ乳酸は、重量平均分子量が1000～20000の範囲であることが必要である。平均分子量を1000以上とすることにより、ポリ乳酸の沸点が紡糸温度よりも高くなり、著しく発煙することもなく、可塑化効果が大きくなるので好ましい。また、20000以下にすることにより、相溶性が向上し可塑化効果が大きくなり、強度の向上に加え、紡糸温度が低くすることができるので好ましい。可塑剤の耐熱性および組成物の可塑性を両立させる観点から、ポリ乳酸の重量平均分子量は1500～15000であることがより好ましく、2000～10000であることが最も好ましい。

【0016】また、本発明のポリ乳酸はL-乳酸、D-乳酸以外の共重合成分を含むものであってもよい。また、カルボキシ基末端の全部または一部が、他の化合物によって封鎖されているものであってもよい。

【0017】ポリ乳酸の配合量は、セルロースエステル及びポリ乳酸の合計重量当たり10～50重量%である。前記配合量を50重量%以下とすることにより、溶融紡糸性の点から強度が高くなり紡糸断率率が低下するので好ましい。一方、前記配合量を10重量%以上とすることにより、熱流動性の点から、紡糸温度を低くすることができ、組成物の熱分解が抑制されるため好ましい。

【0018】本発明に使用される併用可塑剤としてのエポキシを有する低分子化合物としては、従来、公知の芳香族エポキシ化合物、脂環式エポキシ化合物、脂肪族エポキシ化合物などを用いることができる。

【0019】芳香族エポキシ化合物の例としては、フェニルグリシジルエーテルなどの単官能エポキシ化合物や、少なくとも1個の芳香族環を有する多価フェノールまたはそのアルキレンオキシサイド付加体のポリグリシジルエーテルであって、例えばビスフェノールA、テトラプロモビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールS等のビスフェノール化合物またはビスフェノール化合物のアルキレンオキシサイド（例えば、エチレンオキシサイド、プロピレンオキシサイド、ブチレンオキシサイド等）付加体とエピクロヒドリンとの反応によって製造されるグリシジルエーテル類、ノボラック型エポキシ樹脂類（例えば、フェノール・ノボラック型エポキシ樹脂、クレゾール・ノボラック型エポキシ樹脂、臭素化フェノール・ノボラック型エポキシ樹脂等）、トリスフェノールメタントリグリシジルエーテルなどがあげられる。

【0020】脂環式エポキシ化合物としては、4-ビニルシクロヘキセンモノエポキシサイド、ノルボルネンモノエポキシサイド、リモンエンモノエポキシサイド、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート、ビス-（3,4-エポキシシクロヘキシルメチル）アジペート、2-（3,4-エ

ボキシシクロヘキシル-5, 5-スビロ-3, 4-エポキシ)シクロヘキサノン-メタジオキサン、ビス(2, 3-エポキシシクロペンチル)エーテル、2-(3, 4-エポキシシクロヘキシル-5, 5-スビロ-3, 4-エポキシ)シクロヘキサノン-メタジオキサン、2, 2-ビス[4-(2, 3-エポキシプロポキシ)シクロヘキシル]ヘキサフルオロプロパン、などがあげられる。

【0021】脂肪族エポキシ化合物としては、例えばエポキシ化油脂系化合物であるエポキシ化大豆油、エポキシ化アマニ油など、エポキシ化脂肪酸エステルであるエポキシ化ステアリン酸ブチルなどの他に、1, 4-ブタンジオールジグリシジルエーテル、1, 6-ヘキサジオールジグリシジルエーテル、エチレングリコールジグリシジルエーテル、エチレングリコールモノグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、プロピレングリコールモノグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ネオペンチルグリコールジグリシジルエーテル、ネオペンチルグリコールモノグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、グリセロールトリグリシジルエーテル、トリメチロールプロパンジグリシジルエーテル、トリメチロールプロパンモノグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、ジグリセロールトリグリシジルエーテル、ソルビトールテトラグリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、2-エチルヘキシルグリシジルエーテルなどが挙げられる。

【0022】これらエポキシ化合物の中で、本発明においては、取り扱い性に優れ、かつ加熱溶融に耐え得る熱安定性を有し、かつ、低粘度、低揮発性であり、かつ天然物由来の化合物のうち、特に好ましいものは脂肪族エポキシ化合物である。さらに詳しくは、エポキシ化大豆油が好ましい。

【0023】これらのエポキシ化合物は、併用可塑剤として組成物の熱流動性を向上させる効果だけではなく、熱分解反応の触媒として作用してしまうカルボキシル基を封鎖することによる、耐熱性向上効果を有している。

【0024】エポキシ化合物の配合量は、セルロースエステル、ポリ乳酸およびエポキシ化合物を含む組成物の全重量あたり1~10重量%である。前記配合量を1重量%以上とすることにより組成物の可塑性がさらに良好となり、また熱劣化が抑制されるので好ましい。一方、前記配合量を10重量%以下とすることにより、相溶性が良好であるため、エポキシ化合物のブリードアウトが抑制されるので好ましい。また、セルロースエステルとポリ乳酸からなる組成物の熱劣化が抑制されるので好ましい。

【0025】本発明においては必要に応じて要求される性能を損なわない範囲内で、熱劣化防止用、着色防止用

の安定剤として、前記エポキシ化合物の他に弱有機酸、フォスフェイト、チオフォスフェイト等を単独または2種類以上混合して添加してもよい。また、その他有機酸系の生分解促進剤、滑剤、帯電防止剤、染料、顔料、潤滑剤、艶消剤等の添加剤を配合することは何らさじつかえない。

【0026】本発明における熱可塑化セルロースエステル組成物は、220℃における加熱減量率が5重量%以下であることが必要である。ここで、加熱減量率とは窒素下において室温から300℃まで、10℃/分の昇温度速度で試料を昇温した時の、220℃における重量減少率をいう。加熱減量率が5重量%以下の場合には、低分子可塑剤を大量に含むなどによって溶融紡糸の際に発煙が生じることなく、製糸性の良い、良好な物性を有する繊維が得られるので好ましい。最も好ましくは3重量%以下である。

【0027】本発明における熱可塑化セルロースエステル組成物は、220℃、1000sec⁻¹における溶融粘度が50~300Pa・secであることが必要である。220℃、1000sec⁻¹における溶融粘度が50Pa・sec以上である場合には、紡出後の固化が十分に進み、収束しても繊維同士が膠着することがないため好ましい。また、この場合、口金背面圧が十分に得られるため、分配性が良好となり、繊維の均一性が担保されるという利点も有している。一方、溶融粘度が300Pa・sec以下である場合には、紡出糸条の曳糸性が良好であり、十分な配向が得られて機械特性の優れた繊維となるため好ましい。また、配管圧力の異常な上昇によるトラブルが生じることもない。

【0028】良好な流動性の観点から、220℃、1000sec⁻¹における溶融粘度は70~250Pa・secであることが好ましく、80~200Pa・secであることが最も好ましい。

【0029】本発明における熱可塑化セルロースエステル組成物繊維の強度は、0.5~4cN/dtexであることが好ましい。強度が0.5cN/dtex以上であれば、製織や製編時など高次加工工程の通過性が良好であり、また最終製品の強力も不足することがないので好ましい。良好な強度特性の観点から、強度は0.7~3.8cN/dtexであることが好ましく、1.0~3.5cN/dtexであることが最も好ましい。

【0030】本発明における熱可塑化セルロースエステル組成物繊維の伸度は、2~50%であることが好ましい。伸度が2%以上である場合には製織や製編時など高次加工工程において糸切れが多発することがない。また、50%以下の繊維は低い応力であれば変形することがなく、製織時の緯ひけなどにより最終製品の染色欠点を生じることがないため好ましい。良好な伸度としては、5~45%であることがより好ましく、10~40%であることが最も好ましい。

【0031】また、本発明における熱可塑性セルロースエステル組成物繊維のU%は0.1~5%であることが好ましい。U%が5%以下であると、織度の均一性に優れた繊維が得られる。良好なU%としては2%以下が好ましく、最も好ましくは1%以下である。

【0032】本発明で用いられるセルロースエステルとポリ乳酸の混合に際して、公知の共溶媒を用いるキャスト法を用いても良いし、ニーダー、ロールミル、パンバリーミキサー等の通常使用されている公知の混合機を特に制限無く用いても良い。なお、混合を容易にするために粉碎機により予めセルロースアセテートの粒子を50メッシュ以上に細かく粉碎しておいても良い。また、混合物は気泡の混入をできるだけ少なくするために、熔融紡糸機に供給する前にエクストルーダーを用いてペレット化しておくことが望ましい。また、ペレット化した熱可塑性セルロースエステル組成物は熔融紡糸に先立ち、熔融時の加水分解や気泡の発生を防止するために含水率を0.1重量%以下に乾燥することが好ましい。

【0033】本発明で用いる熔融紡糸法は、前記した組成物を公知の熔融押出紡糸機において、加熱熔融した後口金から押出し、紡糸し、必要に応じて延伸し巻取ることができる。この際紡糸温度は190℃~240℃が好ましく、さらに好ましくは200℃~220℃である。紡糸温度を190℃以上とすることにより、熔融粘度が低くなり熔融紡糸性が向上するので好ましい。また240℃以下にすることにより、組成物の熱分解が抑制されるため、好ましい。

【0034】本発明によれば、得られるセルロースエステル組成物から得られる繊維は、優れた機械的特性および織度の均一性を有し、生分解性に優れており、前記繊維を製造する際に熱流動性が優れるため紡糸時の断糸率が極めて少なく、生産性に優れている。また得られた長繊維は織物、編物等の繊維構造物や、メルトブロー法、スパンボンド法による不織布として用いても良い。

【0035】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、勿論本発明はこれらに限定されるものではない。

【0036】なお、重量平均分子量、熔融粘度、加熱減量率、強伸度、U%は以下の方法で評価した。

評価方法

(1) 重量平均分子量

日本Waters (株) 製Waters 2690を用い、ポリスチレンを標準とし、カラム温度40℃、クロロホルム溶媒で測定した。

(2) 熔融粘度

東洋精機 (株) 製キャピラリーレオメーター (商標: キャピログラフ1B、L=10mm、D=1.0mmのダイ使用) を用い、測定温度220℃、シアレート1000sec⁻¹で粘度を測定し、熔融粘度とした。

(3) 加熱減量率

(株) マック・サイエンス社製TG-DTA2000Sを用い、窒素下において室温から300℃まで10℃/分の昇温度速度で試料を加熱した時、220℃におけるサンプル10mgの重量変化を加熱減量率とした。

(4) 強伸度

オリエンテック社製テンシロンUCT-100型を用い、試料長20cm、引張速度20mm/minの条件で引張試験を行って、最大荷重を示した点の応力を繊維の強度(cN/dtex)とした。また、破断時の伸度を繊維の伸度(%)とした。

(5) U%

ツェルベガーウースター社製ウースターテスター4-CXにて給糸速度25m/minで1分間の測定を行い、得られた値をU%とした。

(6) 風合い

得られた繊維を用いて27ゲージの丸編みを作成し、官能検査によって風合いを評価した。十分なドライ感のある物を○、ドライ感のない物を△、著しいヌメリ感のある物を×とした。

【0037】参考例: ポリ乳酸の合成

機械的攪拌機、温度計、冷却トラップを備えた500ml用4つ口フラスコに、L-乳酸 (和光純薬製、約10%のH₂Oを含む) を250ml仕込み、160℃/101080Paで1時間攪拌しながら水を留出させた後、160℃/1330Paで8hr、10hr、13hr、16hr、24hrそれぞれ攪拌しながら、重縮合を行った。得られたポリマーは重量平均分子量がそれぞれ1500、2000、3000、5000、10000であった。

【0038】実施例1

セルロースジアセテート (置換度2.4) 80重量%と可塑剤としての重量平均分子量2000のポリ乳酸20重量%をアセトン200mlに溶解し、キャスト法により混合フィルムを得た。これを1cm四方にカットし、熱可塑性セルロースエステル組成物のペレットとした。このペレットは80℃に加熱した熱風乾燥機中で10時間乾燥させた後220℃、1000sec⁻¹での熔融粘度を測定した。熔融粘度は142.2Pa·secであった。また、加熱減量率は2.2%であった。

【0039】得られたペレットを単軸エクストルーダー式熔融紡糸機を用いて、熔融温度220℃、バック部温度220℃にて熔融し、0.20mmφ-0.30mmLのく口金孔を36ホール有する口金より紡出した。紡出糸からは発煙は認められなかった。紡出糸は25℃のチムニー風により冷却した後、1000m/minの速度でゴデットローラーにより引き取り、ワインダーにて巻き取った。曳糸性は良好であり、紡糸糸切れは認められなかった。

【0040】得られた繊維は、強度が1.1cN/dt

ex、伸度が18%であり、機械的特性に優れていた。また、U%は0.9%であり、繊維長手方向における繊維の均一性が優れたものであった。

【0041】得られた繊維を用いて編み地を作成し、風合いを評価したところ、ヌメリ感は全く認められず、ソフトかつドライな望ましい風合いを有するものであった。

【0042】実施例2

セルロースジアセテート（置換度2.4）90重量%と可塑剤として重量平均分子量1500のポリ乳酸10重量%を用いる以外は実施例1と同様にして、ペレットを作成し、熔融粘度および加熱減量率を測定した。熔融粘度は213.2 Pa・sec、加熱減量率3.5%であった。

【0043】得られたペレットを実施例1と同様にして紡糸したところ、紡出糸からの発煙は認められなかった。曳糸性は良好であり、紡糸糸切れは認められなかった。

【0044】得られた繊維は、強度が0.7 cN/dtex、伸度が30%であり、機械的特性に優れていた。また、U%は1.2%であり、繊維の均一性に優れていた。

【0045】得られた繊維を用いて編み地を作成し、風合いを評価したところ、ヌメリ感は全く認められず、ソフトかつドライな望ましい風合いを有するものであった。

【0046】実施例3

セルロースジアセテート（置換度2.4）75重量%と可塑剤として重量平均分子量10000のポリ乳酸20重量%を用い、併用可塑剤としてエポキシ化大豆油を5重量%用いる以外は実施例1と同様にして、ペレットを作成し、熔融粘度および加熱減量率を測定した。熔融粘度は192.5 Pa・sec、加熱減量率は2.5%であった。

【0047】得られたペレットを実施例1と同様にして紡糸したところ、紡出糸からの発煙は認められなかった。曳糸性は良好であり、紡糸糸切れは認められなかった。

【0048】得られた繊維は、強度が1.0 cN/dtex、伸度が16%であり、機械的特性に優れていた。また、U%は1.1%であり、繊維の均一性に優れていた。

【0049】得られた繊維を用いて編み地を作成し、風合いを評価したところ、ヌメリ感は若干感じられたものの、許容できる範囲のものであった。

【0050】実施例4

セルロースジアセテート（置換度2.4）65重量%と可塑剤として重量平均分子量2000のポリ乳酸30重量%を用い、併用可塑剤としてエポキシ化大豆油を5重量%用いる以外は実施例1と同様にして、ペレットを作

成し、熔融粘度および加熱減量率を測定した。熔融粘度は120.2 Pa・sec、加熱減量率4.1%であった。

【0051】得られたペレットを実施例1と同様にして紡糸したところ、紡出糸からの発煙は認められなかった。曳糸性は良好であり、紡糸糸切れは認められなかった。

【0052】得られた繊維は、強度が0.9 cN/dtex、伸度が22%であり、機械的特性に優れていた。また、U%は1.1%であり、繊維の均一性に優れていた。

【0053】得られた繊維を用いて編み地を作成し、風合いを評価したところ、ヌメリ感は若干感じられたものの、許容できる範囲のものであった。

【0054】実施例5

セルローストリアセテート（置換度2.9）72重量%と可塑剤として重量平均分子量5000のポリ乳酸20重量%を用い、併用可塑剤としてエポキシ化大豆油を8重量%用いる以外は実施例1と同様にして、ペレットを作成し、熔融粘度および加熱減量率を測定した。熔融粘度は82.5 Pa・sec、加熱減量率は3.2%であった。

【0055】得られたペレットを実施例1と同様にして紡糸したところ、紡出糸からの発煙は認められなかった。曳糸性は良好であり、紡糸糸切れは認められなかった。

【0056】得られた繊維は、強度が1.5 cN/dtex、伸度が20%であり、機械的特性に優れていた。また、U%は0.8%と繊維の均一性に優れていた。

【0057】得られた繊維を用いて編み地を作成し、風合いを評価したところ、ヌメリ感は若干感じられたものの、許容できる範囲のものであった。

【0058】比較例1

セルロースジアセテート（置換度2.4）80重量%と重量平均分子量80000のポリ乳酸を20重量%用いる以外は実施例1と同様にして、ペレットを作成し、熔融粘度および加熱減量率を測定した。熔融粘度は627.5 Pa・secと著しく高い値であった。加熱減量率は1.5%であった。

【0059】得られたペレットを用いて実施例1と同様に紡糸を試みたが、熔融粘度が高すぎて紡出糸の細化が起こらず、引き取ることができなかった。

【0060】比較例2

セルロースジアセテート（置換度2.4）25重量%と可塑剤として重量平均分子量500のポリ乳酸55重量%を用い、併用可塑剤としてエポキシ化大豆油を20重量%用いる以外は実施例1と同様にして、ペレットを作成し、熔融粘度および加熱減量率を測定した。熔融粘度は20.2 Pa・secであった。加熱減量率は28.2%と著しく高い値であった。

【0061】得られたペレットを用いて実施例1と同様に紡糸を試みたが、紡糸速度1000m/minでは糸切れが多発して引き取りができなかったため、紡糸速度を200m/minと低速にして紡糸を行った。紡糸からは激しい発煙が認められ、走行糸糸は安定しなかった。

【0062】得られた繊維は強度が0.2cN/dtexと低く、伸度は32%であった。また、U%は6.6%と繊維の均一性に劣るものであった。

【0063】得られた繊維を用いて編み地を作成し、風合いを評価したところ、非常にヌメリ感の強いものであり、布帛としての利用ができないものであった。

【0064】比較例3

セルロースジアセテート（置換度2.4）60重量%と、可塑剤として重量平均分子量536のカプロラクトンテトラオールを40重量%を用いる他は、実施例1と

同様にしてペレットを作成し、熔融粘度および加熱減量率を測定した。熔融粘度は103.2Pa・secであった。加熱減量率は20.4%と著しく高い値であった。

【0065】得られたペレットを用いて実施例1と同様に紡糸を試みたが、紡糸からは激しい発煙が認められ、走行糸糸は安定しなかった。

【0066】得られた繊維は強度が0.6cN/dtexと低く、伸度は87%と高すぎるものであった。得られた繊維のU%は3.2%であった。

【0067】得られた繊維を用いて編み地を作成し、風合いを評価したところ、非常にヌメリ感の強いものであり、布帛としての利用ができないものであった。

【0068】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例2	比較例3
セルロースエステル	セルロース ジアセテート	セルロース ジアセテート	セルロース ジアセテート	セルロース ジアセテート	セルロース トリアセテート	セルロース ジアセテート	セルロース ジアセテート	セルロース ジアセテート
wt%	80	80	75	65	72	80	25	60
ポリ乳酸	Mw=2,000	Mw=1,500	Mw=10,000	Mw=2,000	Mw=5,000	Mw=80,000	Mw=500	カプロラクトンテ トラオール Mw=536
wt%	20	10	20	30	20	20	55	40
エポキシ化合物	—	—	エポキシ化大豆油	エポキシ化大豆油	エポキシ化大豆油	—	エポキシ化大豆油	—
wt%	0	0	5	5	8	0	20	0
220℃熔融粘度 Pa・sec	142.2	213.2	192.5	120.2	82.5	627.5	20.2	103.2
220℃加熱減量率 %	2.2	3.5	2.5	4.1	3.2	1.5	28.2	20.4
強度 cN/dtex	1.1	0.7	1.0	0.9	1.5	—	0.2	0.6
伸度 %	18	30	18	22	20	—	32	87
U% %	0.8	1.2	1.1	1.1	0.8	—	6.6	3.2
風合い	○	○	△	△	△	—	×	×
紡糸性	良好	良好	良好	良好	良好	紡糸不能	発煙・ブリード	発煙・ブリード

【0069】

【発明の効果】本発明により、バイオマス系材料であるセルロースエステルおよびポリ乳酸を主成分とする環境負荷の小さい成分からなる熱可塑性セルロースエステル組成物が得られ、それからなる熔融紡糸性に優れた繊維

を提供することが可能となる。得られる組成物および繊維は、生分解性を活かした分野、すなわち、農業用資材、林業用資材、水産資材、土木資材、衛生資材、日用品、衣料用繊維、産業用繊維、不織布などとして好適に用いることができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J002 AB021 CC033 CD013 CD022
CD053 CD063 CD073 CD163
CF182 EL026 EL036 FD023
FD026 GK01
4L035 AA05 BB31 BB56 EE08 EE20
FF01 FF05 HH01 HH10 JJ15
KK05

THIS PAGE BLANK (USPTO)